

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number : 06-316765
(43) Date of publication of application : 15.11.1994

(51) Int. Cl. C23C 16/44
H01L 21/205
H01L 21/31

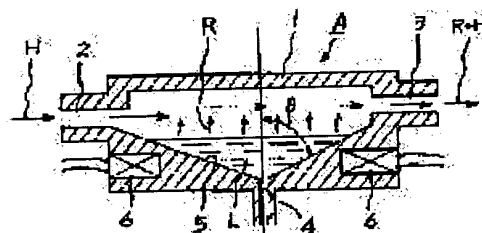
(21) Application number : 03-235413 (71) Applicant : RINTETSUKU:KK
(22) Date of filing : 21.08.1991 (72) Inventor : ONO HIROFUMI

(54) VAPORIZER FOR LIQUID MATERIAL

(57) Abstract:

PURPOSE: To provide a vaporizer for a liquid material where the contact area between the liquid material and a carrier gas is always kept constant and also the vaporized quantity of the liquid material is automatically controlled matching with the feed quantity.

CONSTITUTION: In a vaporizer A for a liquid material having an inflow port 2 for introducing a carrier gas H into a vaporizer body 1, an outflow port 3 for causing the carrier gas H to flow out together with a vaporized gas material R which has been vaporized in the vaporizer body 1, and a liquid material feeding port 4 for feeding a liquid material L to a bottom part 5 of the vaporizer body 1, the bottom part 5 of the vaporizer body 1 where the liquid material L is stored is formed into the shape of a cone which is upwardly diverged. As a result, the vaporized quantity of the liquid material L is always kept constant.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 11.06.1998
[Date of sending the examiner's decision of rejection]
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]
[Date of final disposal for application]
[Patent number] 3112721

[Date of registration] 22. 09. 2000
[Number of appeal against examiner's
decision of rejection]
[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]
[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998, 2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

特許第3112721号
(P3112721)

(45) 発行日 平成12年11月27日 (2000. 11. 27)

(24) 登録日 平成12年 9 月22日 (2000. 9. 22)

(51) Int.Cl.⁷

識別記号

F I

C 2 3 C 16/448

C 2 3 C 16/448

H 0 1 L 21/205

H 0 1 L 21/205

21/31

21/31

B

F

請求項の数 1 (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平3-235413

(22) 出願日

平成3年8月21日 (1991. 8. 21)

(65) 公開番号

特開平6-316765

(43) 公開日

平成6年11月15日 (1994. 11. 15)

審査請求日

平成10年6月11日 (1998. 6. 11)

(73) 特許権者 390014409

株式会社リンテック

滋賀県野洲郡中主町大字乙種字澤588番
1

(72) 発明者

小野 弘文

滋賀県野洲郡中主町乙種588-1 株式
会社リンテック内

(74) 代理人

100082429

弁理士 森 義明

審査官

宮澤 尚之

(56) 参考文献 特開 平4-287312 (J P, A)

(58) 調査した分野 (Int.Cl.⁷, D B 名)

C23C 16/448

H01L 21/205

H01L 21/31

(54) 【発明の名称】 液体原料用気化器

1

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 液体原料を底部に貯留し、貯留される液体原料の液面よりも上方に、搬送ガスを導入するための流入口、及び、気化された気化原料ガスと共に搬送ガスが流出する流出口がそれぞれ設けられ、さらに上記底部に液体原料を供給する液体原料供給口が設けられた気化器本体と、上記液体原料供給口に接続される液体原料供給器とを有する液体原料用気化器であって、上記気化器本体の底部の形状を上広がり、の錘状に形成してなる事の特徴とする液体原料用気化器。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、①半導体製造プロセスにおける液体原料の高精度供給、特に T E O S (Tetra Ethyl Ortho Silicate) を始めとする薄膜形成用液体原

2

料の高精度流量制御や、②化学工業分野における液体 (例えば、アルコール類、有機酸類) の高精度移送、特に次工程が減圧状態にある反応炉などの場合の高精度移送に最適な液体原料用気化器に関する。

【0002】

【従来の技術】 以下、半導体製造の C V D プロセスを例にとって説明する。半導体ウェハの層間絶縁膜材料として、最近、T E O S が特に注目されつつある。その理由として、①従来の減圧 C V D を使用した (SiH₄) の堆積メカニズムと異なり、表面反応律速であり、そのためにステップカバレッジが良好である事、②SiH₄ は極めて反応性が高く、爆発事故を発生する可能性が高いが、これに対して T E O S は安全性が高く、保存も容易である事、③将来、原料として低コスト化が期待出来るためである。

【0003】TEOSを用いるCVD法には、減圧CVD法、常圧CVD法並びにプラズマCVD法などがある。常圧CVDは、特にステップカバレッジ性が良好であり、真空排気系を必要としないなどの利点があり、広く普及している。

【0004】常圧CVD法においては、減圧CVDよりも流量を多く流す。そのためには温度を高くすることが考えられるが、沸点以上に温度を上げると突沸を生じ、安定した流量が得られない。又、突沸すれば、膜生成が不均一となり、良品は得られない。又、高温ではTEOS等の有機材料の熱分解や多量体を生じ、良好な膜質を得る事ができない。

【0005】そこで、突沸を防ぐために沸点以下の温度で液体原料を気化供給することが要求されたので、必要な気化流量を確保するために蒸発面積を大きくする事とし、図6に示すような底部が浅い皿状の気化器(B')を提案した。しかしながら、この気化器(B')では正確な量の気化原料(L')の気化供給が行えなかった。

【0006】即ち、この気化器(B')を恒温槽内に入れ、沸点以下の温度で加熱しながら底部(5')から気化器(B')内に供給した液体原料(L')を蒸発させた処、底部(5')に均等に液体原料(L')が流れ広がらず、底部(5')上を不定形に流れ広がって行くことが確認された。そして、気化後の気化原料(R')の量を計測用質量流量計(図示せず)で刻々と測定してみると、液体原料(L')の不定形な接触面積の拡大又は蒸発による接触面積の縮小に起因する気化量の変動が認められた。

【0007】これは皿状の底部(5')上に不定形に流れ広がった液体原料(L')に搬送ガス(H')を接触させて気化するのであるから、液体原料(L')の流れ広がり方によって搬送ガス(H')と液体原料(L')との接触面積が変動し、これによって気化量が左右されるものと考えられる。例えば、液体原料(L')の流れ広がり方によっては急に蒸発速度が増して液体原料(L')が底部(5')に形成された液体原料供給口(4')近辺まで後退する現象や、逆に、蒸発速度が遅く、その結果、液面が上昇して底部(5')の全面を満たすような現象が観察された。

【0008】このような現象が発生する原因としては、気化器(B')の底部(5')を完全に水平に保ことができず、液体原料(L')が液体原料供給口(4')を中心にして同心円状に広がらないことや、液体原料(L')の表面張力のために平坦な底部(5')上を液体原料(L')が移動しやすいことによる。

【0009】更に、液体原料(L')の供給中には、搬送ガス(H')による液体原料(L')の気化量と、液体原料(L')の供給量がうまくマッチングしていない場合もあり、この場合は、例えば、液体原料(L')が気化量よりも多い場合には気化器本体(1')内の液体原料(L')の量が次第に増え、浅い皿状の底部(5')に不定形に流れ広がって行く。そしてこの次第に流れ広がって流出面積の増加している

液体原料(L')に搬送ガス(H')を接触させて気化させて行くと、液体原料(L')の流れ広がり面積の増加に従って気化量が増加して行くことになる。逆に、液体原料(L')の供給量が気化量に比べて寡少であった場合には液体原料(L')が皿状の底部(5')に流れ広がらず、気化量が増加しない事になる。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】液体原料が搬送ガスと接触する面積を常時ほぼ一定に保つ事ができると同時に液体原料の供給量に合わせて気化量を自動的にコントロールすることが出来る液体原料用気化器の提案が望まれていた。

【0011】

【課題を解決するための手段】前記、課題を達成するために、本発明に係る液体原料用気化器は、

[1] 液体原料(L)を底部(5)に貯留し、

[2] 貯留される液体原料(L)の液面よりも上方に、搬送ガス(H)を導入するための流入口(2)、及び、気化された気化原料ガス(R)と共に搬送ガス(H)が流出する流出口(3)がそれぞれ設けられ、

[3] さらに上記底部(5)に液体原料(L)を供給する液体原料供給口(4)が設けられた気化器本体(1)と、

[4] 上記液体原料供給口(4)に接続される液体原料供給器(LMFC)とを有する液体原料用気化器(A)であって、

[5] 上記気化器本体(1)の底部(5)の形状を上広がりの鍾状に形成した事を特徴とするものである。これにより、液体原料(L)が搬送ガス(H)と接触する面積を常時ほぼ一定に保つ事ができて気化量を常に一定に保つ事が出来ると同時に液体原料(L)の供給量に合わせて気化量を自動的にコントロールすることができた。

【0012】

【実施例】以下、本発明を図示実施例に従って詳述する。図1は本発明にかかる気化器(A)を使用した場合のフローチャートである。

【0013】まず、本発明にかかる気化器(A)を利用した液体原料(L)のフローに付いて説明する。図1から分かるように本プロセスは、原料タンク(T)、タンク用加圧ガスの調圧器(TC)、搬送ガス用調圧器(HC)、液体原料供給器(LMFC)、搬送ガス供給器(HMFC)、気化器(A)、気化原料測定用質量流量計(MFM)とで構成されている。

【0014】搬送ガス用調圧器(HC)は搬送ガス供給器(HMFC)の入口に接続されており、一定圧に調圧された搬送ガス(H)を搬送ガス供給器(HMFC)に供給する。搬送ガス供給器(HMFC)は公知の構造のもので、一定質量の搬送ガス(H)を気化器(A)に送り出すようになっている。原料タンク(T)には液体原料(L)が貯留されており、調圧器(TC)によってタンク(T)内に一定圧のガス圧が加えられており、タンク(T)から液体原料(L)が液体原料供給器(LM

5
F C) に供給されるようになっている。液体原料供給器 (LMFC) も公知の構造のもので、一定量の液体原料 (L) が気化器 (A) に供給されるようになっている。気化器 (A) では搬送ガス (H) と接触し、又は補助的な使用されたヒータ (6) によって加熱されて蒸発した気化原料 (R) が搬送ガス (H) と共に流出し、気化原料測定用質量流量計 (MFM) によって定量された後、例えば、CVDなどの半導体製造装置 (C) やその他製造炉に供給される事になる。

【0015】 次に、本発明に掛かる気化器 (A) を図2から図5に従って説明する。図2は本発明にかかる気化器 (A) の一実施例の断面図で、気化器本体 (1) は中空体で、液体原料 (L) を貯留する気化器本体 (1) の底部 (5) の形状を上広がりな錐状に形成されており、底部 (5) の中央に液体原料 (L) を供給する液体原料供給口 (4) が形成されており、液体原料供給器 (LMFC) に繋がっている。更に、搬送ガス (H) を気化器本体 (1) 内に導入するための流入口と、気化器本体 (1) 内にて気化した気化原料ガス (R) と共に搬送ガス (H) が流出する流出口とが設けられており、前述のように流入口には搬送ガス供給器 (HMFC) が接続されており、流出口には例えばCVDなどの半導体製造装置などが接続されている。(6) は底部に設けられたヒータで、液体原料 (L) を加熱するためのものである。

【0016】 気化器本体 (1) の底部 (5) の形状は、前述のように上広がりな錐状に形成されている。一般的には、図3のように平面形状が円であって全体がロート状 (上広がりな円錐状) になるが、勿論これに限られず、三角錐、四角錐などあってもよい。垂直線に対する底部 (5) のテーパ角度 (θ) の範囲は80~88°程度で、通常は85°前後が選ばれる。角度 (θ) が急であれば底部 (5) に溜まった液体原料 (L) の増減が液体原料 (L) の表面の面積の増減に著しく影響し、逆に、角度 (θ) が大き過ぎれば底部 (5) が平坦面の場合と差がなくなるからである。

【0017】 液体原料供給器 (LMFC) からの液体原料 (L) の供給を受けると、気化器 (A) の底部

(5) に液体原料 (L) が溜まるが、底部 (5) が前述のようにロート状となっているために安定して液体原料供給口 (4) を中心として同心円状に液体原料 (L) が溜って行く。この液体原料 (L) は必要に応じて沸点以下の低温度にヒータ (6) によって加熱されて表面から蒸発し、液体原料 (L) の上を接触しながら通過して行く搬送ガス (H) と共に流出して行く。

【0018】 ここで、液体原料 (L) の蒸発速度と供給速度との関係を図4に従って詳述する。

今、 Q_l = 液体原料の供給量 (g/min)

G = 液体原料の単位面積当たりの蒸発速度 (g/min · cm²)

S = 液面の表面積 (cm²)

Q_v = 気化原料の流量、即ち蒸発量 (g/min)

H = 流入口 (0点) から液面までの高さ、とすると、

$Q_v = G \cdot S$ となる。……………第1式

【0019】 液体原料 (L) の供給開始時点では、液体原料 (L) の供給量 (Q_l) は気化原料 (R) の流量 (Q_v) より大きい (ため) ($Q_l > Q_v$)、図4のO-A曲線を辿って次第に液体原料 (L) が底部 (5) に溜まって行く。

【0020】 時間が経過して液体原料 (L) の供給量 (Q_l) と気化原料 (R) の流量 (Q_v) とが等しくなると ($Q_l = Q_v$)、図4のA-B曲線を辿って水平状態が保たれる。ここで、液体原料 (L) の供給量 (Q_l) と気化原料 (R) の流量 (Q_v) とのバランスが何らかの原因で崩れ、例えば、液体原料 (L) の供給量 (Q_l) が気化原料 (R) の流量 (Q_v) を上回ると液面が上昇して液面の表面積が増加し、液体原料 (L) の蒸発量が増え、その結果液面が下がる。逆に、液体原料 (L) の供給量 (Q_l) が気化原料 (R) の流量 (Q_v) を下回ると液面が下降して液面の表面積が減少し、液体原料 (L) の蒸発量が少なくなり、その結果液面が上がる。このようにして、液体原料 (L) の供給量 (Q_l) と気化原料 (R) の流量 (Q_v) とのバランスが何らかの原因で崩れたとしても、自動的に両者の関係を調整してほぼ水平な気化原料 (R) の蒸発量を保つ。

【0021】 時間 (t_2) で液体原料 (L) の供給を停止すると、底部 (5) の残留分が蒸発し、図4の下降曲線B-Cを辿って時間 (t_3) で0になる。

【0022】 図5のグラフは、図1のフローチャートに示すプロセスを用い、内径65mm、底部のテーパ角度 (θ) が85°の気化器 (A) を使用して行った実測グラフである。横軸が時間、縦軸が流量である。使用の液体原料 (L) はTEOSで流量は0.59 g/min、気化器 (A) の温度は135℃、搬送ガス (H) は窒素ガスで、その流量は1.100 SCCM (SCCM = 0℃1気圧の標準状態で1分間に流れる流体の体積「=cc」) である。図5のグラフの下側の矩形曲線は、気化器 (A) の底部の液体原料供給口 (4) に供給される液体原料 (L) の供給曲線であり、上側の曲線は液体原料 (L) であるTEOSの蒸発による流量増減曲線で、基準線から低いほうの水平線までが窒素ガスの流量である (N_2 で示す。)。TEOS供給曲線の水平部分は定常状態を保って推移していることが分かる。図中、横軸1目盛りは10分である。

【0023】 本発明にかかる気化器 (A) の構造は、上記のように非常に簡単であるから非常に低コストで製作することができる。また、ヒータ (6) によって液体原料 (L) を加熱する場合でも沸点以下の温度であるから突沸を生じるようなことがなく、急激な流量変動を発生しないものである。更に、液体原料 (L) の沸点や蒸気圧のデータから気化条件を容易に選定することができ、各種液体原料 (L) への適用範囲が広い。尚、図1

50 に示すようなフローにおいて、液体原料供給器 (LMF

C)との組合わせにより例えば常圧CVDへの液体原料(L)の供給が極めて容易になった。

【0024】

【効果】本発明の液体原料用気化器は、液体原料を貯留する気化器本体の底部の形状を上広がりの錘状に形成してあるので、液体原料が流入口を中心とする底部に溜まり、搬送ガスと接触する面積を常時ほぼ一定に保つ事ができて気化量を常に一定に保つ事が出来、且つ、液体原料の供給量に合わせて気化量を自動的にコントロールすることが出来るという利点がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の気化器を用いた場合のフローチャート

【図2】本発明の気化器の一実施例の正断面図

【図3】図2に示す本発明の気化器の平面図

【図4】本発明の気化器を使用した場合の時間-液体原

料蒸発量の関係グラフ

【図5】本発明の気化器を使用した場合の実測時間-液体原料蒸発量の関係グラフ

【図6】従来例の正断面図

【符号の説明】

(A) …気化器

(L) …液体原料

(H) …搬送ガス

(T) …原料タンク

(LMFC) …液体原料供給器

(HMFC) …搬送ガス供給器

(MFM) …気化原料測定用質量流量計

(1) …気化器本体

(2) …流入口

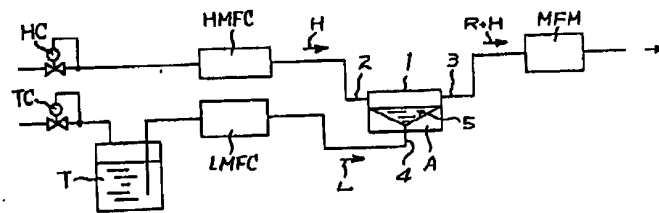
(3) …流出口

(4) …液体原料供給口

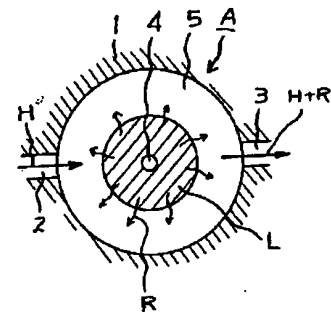
(5) …底部

(6) …ヒータ

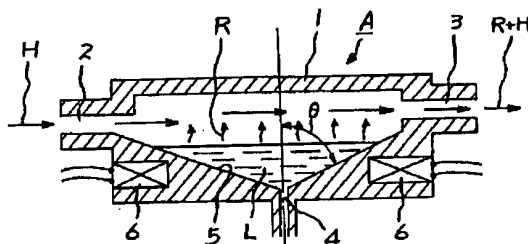
【図1】



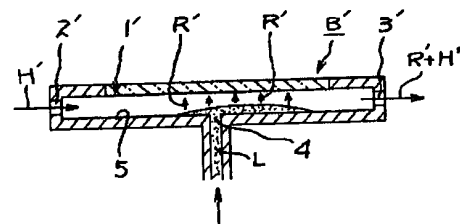
【図3】



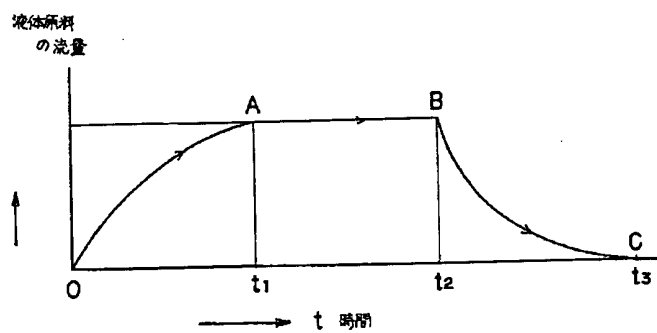
【図2】



【図6】



【図4】



【図5】

